

JP2000336260A

2000-12-5

**Bibliographic Fields**

**Document Identity**

(19)【発行国】	(19) [Publication Office]
日本国特許庁(JP)	Japan Patent Office (JP)
(12)【公報種別】	(12) [Kind of Document]
公開特許公報(A)	Unexamined Patent Publication (A)
(11)【公開番号】	(11) [Publication Number of Unexamined Application]
特開2000-336260(P2000-336260 A)	Japan Unexamined Patent Publication 2000 - 336260 (P2000 - 336260A )
(43)【公開日】	(43) [Publication Date of Unexamined Application]
平成12年12月5日(2000.12.5)	2000 December 5 days (2000.12.5)

**Public Availability**

(43)【公開日】	(43) [Publication Date of Unexamined Application]
平成12年12月5日(2000.12.5)	2000 December 5 days (2000.12.5)

**Technical**

(54)【発明の名称】	(54) [Title of Invention]
難燃性ポリカーボネート樹脂組成物	FLAME-RESISTANT POLYCARBONATE RESIN COMPOSITION
(51)【国際特許分類第7版】	(51) [International Patent Classification, 7th Edition]
C08L 69/00	C08L 69/00
C08K 5/42	C08K 5/42
【FI】	[FI]
C08L 69/00	C08L 69/00
C08K 5/42	C08K 5/42
【請求項の数】	[Number of Claims]
4	4
【出願形態】	[Form of Application]
OL	OL
【全頁数】	[Number of Pages in Document]
9	9
【テーマコード(参考)】	[Theme Code (For Reference)]
4J002	4 J002
【Fターム(参考)】	[F Term (For Reference)]
4J002 CG001 CG011 EV256 FD010 FD136	4 J002 CG001 CG011 EV256 FD010 FD136
<b>Filing</b>	
【審査請求】	[Request for Examination]

未請求

Unrequested

(21)【出願番号】

(21) [Application Number]

特願平11-151030

Japan Patent Application Hei 11 - 15 103 0

(22)【出願日】

(22) [Application Date]

平成11年5月31日(1999. 5. 31)

1999 May 31 days (1999.5 . 31)

**Parties****Applicants**

(71)【出願人】

(71) [Applicant]

【識別番号】

[Identification Number]

594137579

594137579

【氏名又は名称】

[Name]

三菱エンジニアリングプラスチックス株式会社

**MITSUBISHI ENGINEERING PLASTICS CORP. (DB  
69-164-9669 )**

【住所又は居所】

[Address]

東京都中央区京橋一丁目1番1号

Tokyo Prefecture Chuo-ku Kyobashi 1-1-1

**Inventors**

(72)【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】

[Name]

石井 一彦

Ishii Kazuhiko

【住所又は居所】

[Address]

神奈川県平塚市東八幡5丁目6番2号 三菱エンジニアリングプラスチックス株式会社技術センター内

Inside of Kanagawa Prefecture Hiratsuka City Higashi  
Yawata 5-6-2 Mitsubishi Engineering Plastics Corp. (DB  
69-164-9669 ) technology center

(72)【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】

[Name]

平井 康裕

Hirai Yasuhiro

【住所又は居所】

[Address]

神奈川県平塚市東八幡5丁目6番2号 三菱エンジニアリングプラスチックス株式会社技術センター内

Inside of Kanagawa Prefecture Hiratsuka City Higashi  
Yawata 5-6-2 Mitsubishi Engineering Plastics Corp. (DB  
69-164-9669 ) technology center**Agents**

(74)【代理人】

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

【識別番号】

[Identification Number]

100084320

100084320

【弁理士】

[Patent Attorney]

【氏名又は名称】

[Name]

佐々木 重光

Sasaki Shigemitsu

**Abstract**

(57)【要約】

**【課題】**

耐衝撃性、耐候性、熱安定性、加工性などに優れた難燃性ポリカーボネート樹脂組成物を提供する。

**【解決手段】**

溶融法で製造され構造粘性指数  $N$  が 1.1 以上の芳香族ポリカーボネート樹脂 10~100 重量% と、直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂 90~0 重量% とからなるポリカーボネート樹脂 100 重量部に、有機スルホン酸金属塩 0.01~5 重量部を配合してなる難燃性ポリカーボネート樹脂組成物において、この難燃性ポリカーボネート樹脂組成物の構造粘性指数  $N$ ( $N$  値)が 1.05 以上で、かつ、高化式フロー テスターによる流れ値  $Q$  との関係が下記の式[I]を満たすものであることを特徴とする。

**【数 1】**

$$N \geq 0.027Q + 0.831 \quad [I]$$

**【効果】**

上記課題が解決される。

(57) [Abstract]

**[Problems to be Solved by the Invention]**

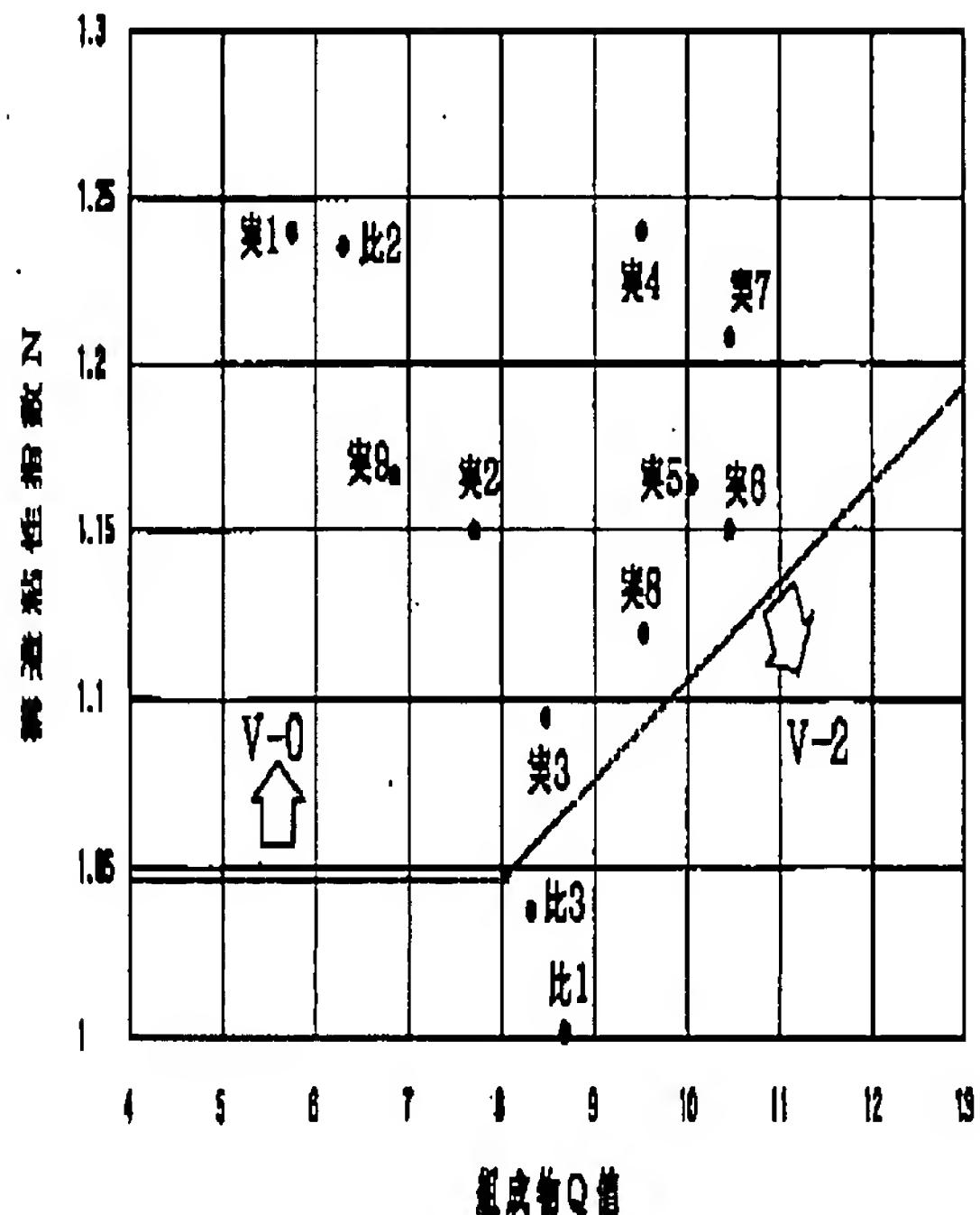
flame-resistant polycarbonate resin composition which is superior in impact resistance、 weather resistance、 thermal stability、 fabricability etc is offered.

**[Means to Solve the Problems]**

It is produced with melt method and structural viscosity exponential  $N$  ( $N$  value) of this flame-resistant polycarbonate resin composition being 1.05 or greater in flame-resistant polycarbonate resin composition where structural viscosity exponential  $N$  combines organic metal sulfonate salt 0.01 - 5 parts by weight to aromatic polycarbonate resin 10~100 weight% of 1.1 or more and and polycarbonate resin 100 parts by weight which consists of straight chain aromatic polycarbonate resin 90~0 weight% , becomes, at same time, It is something where relationship with flow number  $Q$  fills up the below-mentioned mathematical formula [I] with Mooney-type flow tester , it makes feature.

**[Mathematical Formula 1]****[Effect(s)]**

Above-mentioned problem is solved.



### Claims

#### 【特許請求の範囲】

##### 【請求項 1】

溶融法で製造された構造粘性指数 N が 1.1 以上の芳香族ポリカーボネート樹脂 10~100 重量%と、直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂 90~0 重量%とからなるポリカーボネート樹脂 100 重量部に、有機スルホン酸金属塩 0.01~5 重量部を配合してなる難燃性ポリカーボネート樹脂組成物において、この難燃性ポリカーボネート樹脂組成物の構造粘性指数 N が 1.05 以上で、かつ、高化式フローテスターによる流れ値 Q と N 値の関係が下記の式[I]を満たすものであることを特徴とする難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

##### 【数 1】

$$N \geq 0.027Q + 0.831 \quad [I]$$

##### 【請求項 2】

直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量が、16,000~30,000 である、請求項 1 に記載の難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

#### [Claim(s)]

##### [Claim 1]

structural viscosity exponential N which is produced with melt method combining organic metal sulfonate salt 0.01 - 5 parts by weight to aromatic polycarbonate resin 10~100 weight% of 1.1 or more, and polycarbonate resin 100 parts by weight which consists of straight chain aromatic polycarbonate resin 90~0 weight% , structural viscosity exponential N of this flame resistance polycarbonate resin group composition being 1.05 or greater in flame-resistant polycarbonate resin composition which becomes, at same time, It is something where relationship of flow number Q between N valuefills up below-mentioned mathematical formula [I] with Mooney-type flow tester and flame-resistant polycarbonate resin composition. which is made feature

##### [Mathematical Formula 1]

##### [Claim 2]

flame-resistant polycarbonate resin composition. where viscosity average molecular weight of straight chain aromatic polycarbonate resin is, 16,000 -30,000 states in Claim 1

## 【請求項 3】

溶融法で製造された構造粘性指数 N が 1.1 以上の芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量が、16,000~100,000 である、請求項 1 に記載の難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

## 【請求項 4】

有機スルホン酸金属塩が、パーフルオロアルカン-スルホン酸金属塩である、請求項 1 ないし請求項 3 のいずれか一項に記載の難燃性ポリカーボネート樹脂組成物。

## Specification

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、難燃性ポリカーボネート樹脂組成物に関する。

さらに詳しくは、耐衝撃性、耐熱性、熱安定性、加工性などに優れた透明難燃性ポリカーボネート樹脂組成物に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

ポリカーボネート樹脂は優れた機械的性質を有しており、自動車分野、OA 機器分野、電気・電子分野をはじめその他の工業的分野においても、部品製造用材料として広く利用されている。

一方、OA 機器、家電製品等の用途を中心に、使用する合成樹脂材料には難燃化の要望が強く、これらの要望に応えるために多数の難燃剤が開発され提案されている。

## 【0003】

ポリカーボネート樹脂を難燃化するには、従来、難燃化の効果が顕著であるハロゲンを含有する化合物が使用されている。

ハロゲンを含有する化合物はこれを配合した樹脂組成物の熱安定性を低下させたり、成形機スクリューや成形金型などを腐食させるなどの欠点があるほか、近年は環境汚染などの問題があるので、ハロゲンを含有する化合物の減量を目的として、例えば、リン酸エステル系化合物、またはリン酸エステル系化合物とフェノール系安定剤とを併用した難燃性樹脂組成物が提案

## [Claim 3]

flame-resistant polycarbonate resin composition, where structural viscosity exponential N which is produced with the melt method is, viscosity average molecular weight of aromatic polycarbonate resin of 1.1 or more, 16,000 - 100,000 states in Claim 1

## [Claim 4]

organic metal sulfonate salt, is perfluoroalkane-metal sulfonate salt, flame-resistant polycarbonate resin composition, which is stated in the any Claim of Claim 1 through Claim 3

## [Description of the Invention]

## [0001]

## [Technological Field of Invention]

this invention regards flame-resistant polycarbonate resin composition.

Furthermore details regard transparent flame-resistant polycarbonate resin composition which is superior in impact resistance, heat resistance, thermal stability, fabricability etc.

## [0002]

## [Prior Art]

Is utilized widely as material for parts manufacture polycarbonate resin has had the mechanical property which is superior, regarding other industrially field including the automobile field, OA equipment field, electrical and electronics fields.

On one hand, multiple flame retardant is developed in order OA equipment, household appliance product or other application demand of the flame retardation is strong to synthetic resin material which is used for center, to answer to these demands and is proposed.

## [0003]

flame retardation to do polycarbonate resin, compound which contains halogen whose until recently, effect of flame retardation is remarkable is used.

As for compound which contains halogen thermal stability of resin composition which combines this it decreases, because molding machine screw and besides there is a or other deficiency which corrodes, recently there is a environmental contamination or other problem, for example phosphate ester-based compound, or the flame resistant resin composition which jointly uses phosphate ester-based compound and phenol type stabilizer has been proposed mold

されている。

しかし、こうした難燃性ポリカーボネート樹脂組成物においては、耐衝撃性や熱安定性が低下するという欠点があった。

【0004】

これら欠点を改良する技術として、例えば、基体樹脂のポリカーボネート樹脂に、パーフルオロアルカンスルホン酸アルカリ(土類)金属塩を添加した組成物が提案されている(特公昭 47—40445 号公報参照)。

この刊行物に記載の発明は、基体樹脂にパーフルオロアルカンスルホン酸アルカリ(土類)金属塩を添加したことによって、樹脂組成物の燃焼性の改良することを目論んでいる。

しかし、この樹脂組成物では、燃焼時間の低減効果はあるものの滴下綿着火については十分とは言えない。

【0005】

他方、特開昭 61—127759 合公報には、芳香族ポリカーボネート樹脂に有機または無機のアルカリ金属塩、平均粒子径 0.05~20  $\mu\text{m}$  のテトラフルオロエチレン重合体、およびグラフトゴム成分を添加した組成物が提案されている。

しかし、この刊行物に記載の発明では、UL—94 の燃焼性については、満足されるものの芳香族ポリカーボネート樹脂が本来有する透明性については損なわれるため、用途によっては使用を制限される。

【0006】

また、特開平 7—258532 号公報には、芳香族ポリカーボネート樹脂と分岐状ポリカーボネート樹脂との混合物に、有機アルカリ金属塩および/またはアルカリ土類金属塩を配合した組成物が提案されている。

この刊行物に記載の組成物は、UL—94 燃焼試験における滴下綿着火を抑制する為に、分岐状ポリカーボネート樹脂を使用している。

しかし、ここでは使用する分岐状ポリカーボネート自体、および混合樹脂組成物の構造粘性指数 N については示唆されていない。

【0007】

さらに、分岐状ポリカーボネート樹脂としては、1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)-エタンに代表される分岐剤を添加して合成された分岐状ポリ

etc with reduced amount of compound which contains halogen as the objective.

But, there was a deficiency that impact resistance and thermal stability decrease regarding such flame-resistant polycarbonate resin composition.

【0004】

composition which adds perfluoroalkylsulfonic acid alkali (earth) metal salt to polycarbonate resin of for example substrate resin, as technology which improves these deficiency, is proposed, (Japan Examined Patent Publication Sho 47—40445 disclosure reference).

As for invention which is stated in this publication, flammability of the resin composition it improves to substrate resin eye theory it is perfluoroalkylsulfonic acid alkali (earth) metal salt was added with.

But, with this resin composition, fully you cannot call reducing effect of burning time concerning dripping cotton ignition of certain ones.

【0005】

tetrafluoroethylene polymer of alkali metal salt, average particle diameter 0.05~20  $\mu\text{m}$  of organic or inorganic, and composition which adds graft rubber component are proposed to aromatic polycarbonate resin to other, Japan Unexamined Patent Publication Showa 61- 127759 combination disclosure.

But, with invention which is stated in this publication, aromatic polycarbonate resin of those which are satisfied concerning flammability of UL—94, originally concerning transparency which it possesses because it is impaired, with application use is restricted.

【0006】

In addition, composition which combines organic alkali metal salt and/or alkaline earth metal salt to blend of the aromatic polycarbonate resin and branched polycarbonate resin, is proposed to Japan Unexamined Patent Publication Hei 7—258532 disclosure.

As for composition which is stated in this publication, in order to control dripping cotton ignition in UL—94 burning test, branched polycarbonate resin is used.

But, here concerning structural viscosity exponential N of branched polycarbonate itself, and the mixed resin composition which are used it is not suggested.

【0007】

Furthermore, 1, 1 and 1 -tris (4 -hydroxyphenyl) adding branching agent which is represented in -ethane as branched polycarbonate resin, only branched polycarbonate resin which

カーボネート樹脂のみが開示されている。

実施例で開示されている混合樹脂組成物は、分岐状ポリカーボネート樹脂が30~100重量部の割合で使用されており、混合樹脂組成物は難燃性は確保されるものの、流動性または透明性などについては十分とはいえない。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、次のとおりである。

- 1.耐衝撃性、耐熱性、熱安定性、加工性などに優れた透明難燃性ポリカーボネート樹脂組成物を提供すること。
- 2.ハロゲンを含む化合物の使用量を減じて、しかも難燃性を向上させた透明難燃性ポリカーボネート樹脂組成物を提供すること。

【0009】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために、本発明では、溶融法で製造された構造粘性指数Nが1.1以上の芳香族ポリカーボネート樹脂10~100重量%と、直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂90~0重量%とからなるポリカーボネート樹脂100重量部に、有機スルホン酸金属塩0.01~5重量部を配合してなる難燃性ポリカーボネート樹脂組成物において、この難燃性ポリカーボネート樹脂組成物の構造粘性指数Nが1.05以上で、かつ、高化式フロー テスターによる流れ値Qと構造粘性指数Nの関係が下記の式[I]を満たすものであることを特徴とする難燃性ポリカーボネート樹脂組成物を提供する。

【0010】

【数2】

$$N \geq 0.027Q + 0.831 \quad [I]$$

【0011】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明における直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂としては、芳香族ヒドロキシ化合物またはこれと少量のポリヒドロキシ化合物を、ホスゲンまたは炭酸のジエステルと反応させることによって溶融法(エステル交換法)で製造される熱可塑性

issynthesized is disclosed.

As for mixed resin composition which is disclosed with Working Example, the branched polycarbonate resin is used at ratio of 30 - 100 parts by weight, as for mixed resin composition although it is guaranteed, fully cannot call flame resistance concerning flow property or transparency etc.

【0008】

【Problems to be Solved by the Invention】

objective of this invention is as follows.

Offer transparent flame-resistant polycarbonate resin composition which is superior in 1.impact resistance、heat resistance、thermal stability、fabricability etc.

Reducing amount used of compound which includes 2.halogen, furthermore flame resistance offer transparent flame-resistant polycarbonate resin composition which improves.

【0009】

【Means to Solve the Problems】

In order to solve above-mentioned problem, with this invention, structural viscosity exponential N which is produced with melt method combining organic metal sulfonate salt 0.01 - 5 parts by weight to aromatic polycarbonate resin 10~100 weight% of 1.1 or more, and polycarbonate resin 100 parts by weight which consists of straight chain aromatic polycarbonate resin 90~0 weight%, structural viscosity exponential N of this flame-resistant polycarbonate resin composition being 1.05 or greater in flame-resistant polycarbonate resin composition which becomes, at sametime, It is something where relationship of flow number Q between structural viscosity exponential N fills up below-mentioned mathematical formula [I] with Mooney-type flow tester and flame-resistant polycarbonate resin composition which is made feature is offered.

【0010】

【Mathematical Formula 2】

【0011】

【Embodiment of the Invention】

Below, this invention is explained in detail.

It is a thermoplastic aromatic polycarbonate polymer or copolymer which is produced with melt method (transesterification method) the aromatic hydroxy compound or this and polyhydroxy compound of trace, it reacts with diester of phosgene or carbon dioxide as straight chain

芳香族ポリカーボネート重合体または共重合体である。

さらに、溶融法で末端基の OH 基量を調整して製造された芳香族ポリカーボネート樹脂であつてもよい。

【0012】

芳香族ジヒドロキシ化合物としては、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(=ビスフェノール A)、テトラメチルビスフェノール A、ビス(4-ヒドロキシフェニル)-P-ジイソプロピルベンゼン、ハイドロキノン、レゾルシノール、4,4-ジヒドロキシジフェニルなどが挙げられ、これらの中でも特に好みいのはビスフェノール A である。

【0013】

芳香族ポリカーボネート樹脂の分子量を調節するには、一価の芳香族ヒドロキシ化合物を用いればよい。

一価の芳香族ヒドロキシ化合物としては、m-および p-メチルフェノール、m-および p-プロピルフェノール、p-tert-ブチルフェノール、および、p-長鎖アルキル置換フェノールなどが挙げられる。

芳香族ポリカーボネート樹脂として好みいのは、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンから誘導されるポリカーボネート樹脂、または、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンと他の芳香族ジヒドロキシ化合物とから誘導されるポリカーボネート共重合体が挙げられる。

【0014】

芳香族ポリカーボネート樹脂は、原料成分の異なる 2 種以上の重合体および/または共重合体の混合物であつてもよい。

難燃性をさらに高める目的で、前記の芳香族ジヒドロキシ化合物に、スルホン酸テトラアルキルホスホニウムが 1 個以上結合した化合物、および/または、シロキサン構造を有する両末端フェノール性 OH 基を含有するポリマーまたはオリゴマーを配合することができる。

さらに、難燃性を高める目的で、シロキサン構造を有するポリマーまたはオリゴマーを共重合させることもできる。

【0015】

直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂の分子量は、メチレンクロライドを溶媒として用い、温度 25 deg C で測定された溶液粘度より換算した粘度平均分子量(M<sub>v</sub>)が、16,000~30,000 の範囲のものが好適であり、中でも特に好みいのは

aromatic polycarbonate resin in this invention, by.

Furthermore, adjusting OH group quantity of end group with melt method, it is good even with aromatic polycarbonate resin which is produced.

【0012】

As aromatic dihydroxy chemical compound, fact that 2 and 2 -bis (4 -hydroxyphenyl ) propane (=bisphenol A ), tetramethyl bisphenol A、 bis (4 -hydroxyphenyl ) you can list -P-diisopropyl benzene、 hydroquinone、 resorcinol、 4, 4-dihydroxy biphenyl , etc especially aredesirable even among these is bisphenol A.

【0013】

molecular weight of aromatic polycarbonate resin is adjusted, aromatic hydroxy compound of monovalent should havebeen used.

As aromatic hydroxy compound of monovalent, you can list m- and p- methyl phenol、 m- and p- propyl phenol、 p- t- butylphenol、 and p- long chain alkyl substituted phenol etc.

As for being desirable as aromatic polycarbonate resin, 2 and 2 -bis polycarbonate resin、 which isinduced from (4 -hydroxyphenyl ) propane or, 2 and 2 -bis you can list polycarbonate copolymer which is induced from (4 -hydroxyphenyl ) propane and other aromatic dihydroxy chemicalcompound.

【0014】

aromatic polycarbonate resin is good even with blend of polymer and/or copolymer of 2 kinds or more where starting material component differs.

With objective which furthermore raises flame resistance, in theaforementioned aromatic dihydroxy chemical compound, sulfonic acid tetraalkyl phosphonium one or more cancombine polymer or oligomer which contains both ends phenolic OH group whichpossesses compound、 and/or、 siloxane structure which is connected.

Furthermore, with objective which raises flame resistance, it is possiblealso to copolymerize polymer or oligomer which possesses siloxane structure.

【0015】

viscosity average molecular weight (M<sub>v</sub> ) which is converted, those of range of 16,000 - 30,000 being ideal from solution viscosity to which molecular weight of straight chain aromatic polycarbonate resin used methylene chloride was measured with temperature 25 deg C as solvent, thefact that especially it

18,000~26,000 の範囲のものである。

is desirable even among them is something of range 18,000 - 26,000.

## 【0016】

本発明における溶融法(エステル交換法)で製造された芳香族ポリカーボネート樹脂は、その構造粘性指数 N(以下、単に N 値または N と記載することがある)が 1.1 以上のものである。

溶融法で芳香族ポリカーボネート樹脂を製造する方法は、特開平 8-259687 号公報、特開平 8-245782 号公報に記載されているように、触媒条件または合成条件を選択することにより分岐剤を添加することなく、構造粘性指数の高く加水分解安定性の優れた芳香族ポリカーボネート樹脂を得ることが可能である。

As for aromatic polycarbonate resin which is produced with melt method (transesterification method) in this invention, the structural viscosity exponential N (Below, simply N value or N states is.) is something of 1.1 or more.

method which produces aromatic polycarbonate resin with melt method, as stated in the Japan Unexamined Patent Publication Hei 8-259687 disclosure, Japan Unexamined Patent Publication Hei 8-245782 disclosure, obtains aromatic polycarbonate resin where of structural viscosity exponent hydrolytic stability is superiorhighly without adding branching agent by selecting catalyst condition or synthesis condition, it is possible.

## 【0017】

本発明において「構造粘性指数 N」とは、文献(小野木重治著、化学者のためのレオロジー、第 15~16 頁)に記載の式(1.15)および式(1.17)より応力  $\sigma$  を消去し、式より、所定の  $\gamma$  の 2 点間を直進近似して、傾き  $(1-N)/N$  および N 値を求める。

Regarding to this invention, "structural viscosity exponential N" with, formula which is stated in the literature (Ono wooden Shigeharu work, rheology, 15 th~16 page for chemistry person) (1. 15) and mathematical formula (1. 17) from it eliminates stress; si, from the mathematical formula, between 2 points of predetermined; ga it advances straight closelyresembles, seeks slope  $(1 - N) / N$  and N value.

Concerning slope, evaluation it is possible in low plug steplimits where viscosity behavior differs largely.

In association, N value can be decided from the; et with the;  $\gamma = 12.16 \text{ s}^{-1}$  and the;  $\gamma = 24.32 \text{ s}^{-1}$ .

傾きについては、粘度挙動が大きく異なる低せん断域で評価することができる。

因みに、 $\gamma = 12.16 \text{ s}^{-1}$  および  $\gamma = 24.32 \text{ s}^{-1}$  での  $\eta$  から N 値を決定することができる。

## 【0018】

## 【数 3】

$$D = \gamma = a \sigma N \quad (1.15)$$

[Mathematical Formula 3]

## 【0019】

## 【数 4】

$$\eta a = \sigma / D = \sigma / \gamma \quad (1.17)$$

[0019]

[Mathematical Formula 4]

## 【0020】

## 【数 5】

$$\gamma = a \eta^N \gamma^N$$

[0020]

[Mathematical Formula 5]

## 【0021】

## 【数 6】

[0021]

[Mathematical Formula 6]

$$\eta = (1/a)^{1/N} \gamma^{(1-N)/N}$$

【0022】

【数7】

$$\log \eta = (1-N)/N \log \gamma + C$$

【0023】

(上記の数式において、Nは構造粘性指数、aは定数、 $\eta_a$ は見かけの粘度、 $\eta$ は粘度をそれぞれ意味する。)

【0024】

なお、構造粘性指数Nが1.1以上の芳香族ポリカーボネート樹脂を得るために、溶融法ポリカーボネート樹脂の製造法において分岐化剤を添加し、製造することもできる。

さらに必要に応じ、例えば前記芳香族ジヒドロキシ化合物の一部に代えて次に挙げる化合物を使用することもできる。

化合物としては、フロログルシン、4,6-ジメチル-2,4,6-トリ(4-ヒドロキシフェニル)ヘプテン-2、4,6-ジメチル-2,4,6-トリ(4-ヒドロキシフェニル)ヘプタン、2,6-ジメチル-2,4,6-トリ(4-ヒドロキシフェニル)ヘプテン-3、1,3,5-トリ(4-ヒドロキシフェニル)ベンゼン、1,1,1-トリ(4-ヒドロキシフェニル)エタンなどで示されるポリヒドロキシ化合物、または、3,3-ビス(4-ヒドロキシアリール)オキシンドール(=イサチンビスフェノール)、5-クロルイサチン、5,7-ジクロルイサチン、5-ブロムイサチンなどが挙げられる。上記化合物の使用量は0.01~10モル%の範囲であり、特に好ましいのは0.1~2モル%の範囲である。)

【0025】

溶融法で製造される構造粘性指数Nが1.1以上のポリカーボネート樹脂の分子量は、メチレンクロライドを溶媒として用い、温度25degCで測定された溶液粘度より換算した粘度平均分子量(M<sub>v</sub>)が、16,000~100,000の範囲のものが好適であり、中でも特に好ましいのは18,000~30,000の範囲のものである。

また、溶融法で製造されるポリカーボネート樹脂の構造粘性指数Nは、好ましくは1.15~1.8の範囲であり、より好ましくは1.2~1.7の範囲である。

さらに、耐衝撃性および流動性などを勘案する

【0022】

[Mathematical Formula 7]

【0023】

(In above-mentioned mathematical formula, as for N structural viscosity exponent, as for a as for constant, ;et a as for viscosity, ;et of apparent viscosity is meant respectively. )

【0024】

Furthermore, it adds branching agent because structural viscosity exponential N obtains aromatic polycarbonate resin of 1.1 or more, in production method of melt method polycarbonate resin, it ispossible also to produce.

Furthermore replacing to portion of for example aforementioned aromatic dihydroxy chemical compound according to need, it can also use compound whichyou list next.

As compound, phloroglucinol, 4,6-dimethyl-2,4,6-tri (4 -hydroxyphenyl ) heptene-2, 4,6-dimethyl-2,4,6-tri (4 -hydroxyphenyl ) heptane, 2,6-dimethyl-2,4,6-tri (4 -hydroxyphenyl heptene-3, 1,3,5-tri polyhydroxy compound, which is shown with (4 -hydroxyphenyl ) benzene, 1,1, 1-tri (4 -hydroxyphenyl ) ethane etc or, 3and 3 -bis (4 -hydroxy aryl ) oxy indole (=isatin bisphenol ), you can list 5 -chloro isatin, 5,7-dichlor isatin, 5-bromo isatin etc. As for amount used of above-mentioned compound in range of 0.01 - 10 mole %, as for especially being desirable it is a range of 0.1 - 2 mole %. )

【0025】

viscosity average molecular weight (M<sub>v</sub> ) which is converted, those of range of 16,000 - 100,000being ideal from solution viscosity to which structural viscosity exponential N whichis produced with melt method as for molecular weight of polycarbonate resin of 1.1 or more,used methylene chloride was measured with temperature 25 deg C as solvent, fact thatespecially it is desirable even among them is something of range18,000 - 30,000.

In addition, structural viscosity exponential N of polycarbonate resin which isproduced with melt method, in range of preferably 1.15~1.8, is range of more preferably 1.2~1.7.

Furthermore, when impact resistance and flow property etc

と、構造粘性指数Nの数値の高い芳香族ポリカーボネート樹脂を配合するのが好ましい。

## 【0026】

本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物におけるポリカーボネート樹脂組は、溶融法で製造される構造粘性指数Nが1.1以上の芳香族ポリカーボネート樹脂10~100重量%と、直鎖状ポリカーボネート樹脂90~0重量%とからなり、好ましくは前者が15~100重量%と後者85~0重量%の範囲であり、特に好ましいのは前者が15~90重量%と後者85~10重量%の範囲である。

## 【0027】

本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物には、さらに有機スルホン酸金属塩を配合する。

有機スルホン酸金属塩としては、脂肪族スルホン酸金属塩、芳香族スルホン酸金属塩などが挙げられる。

有機スルホン酸金属塩の金属としては、好ましくは、アルカリ金属、アルカリ土類金属などが挙げられ、アルカリ金属およびアルカリ土類金属としては、ナトリウム、リチウム、カリウム、ルビジウム、セシウム、ベリリウム、マグネシウム、カルシウム、ストロンチウムおよびバリウムなどが挙げられる。

有機スルホン酸金属塩は、単独でも2種以上の混合物であつてもよい。

## 【0028】

有機スルホン酸金属塩としては、パーフルオロアルカン-スルホン酸金属塩、芳香族スルホンスルホン酸金属塩などが挙げられる。

中でも好ましいのは、前者のパーフルオロアルカン-スルホン酸金属塩である。

パーフルオロアルカン-スルホン酸金属塩の具体例としては、パーフルオロアルカン-スルホン酸のアルカリ金属塩、パーフルオロアルカン-スルホン酸のアルカリ土類金属塩などが挙げられる。

中でも好ましいのは、炭素数が1~8個のパーフルオロアルカン基を有するスルホン酸アルカリ金属塩、炭素数が1~8個のパーフルオロアルカン基を有するスルホン酸アルカリ土類金属塩などである。

## 【0029】

are considered, it is desirable to combine aromatic polycarbonate resin where numerical value of structural viscosity exponential N is high.

## [0026]

As for polycarbonate resin group in flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to this invention, the structural viscosity exponential N which is produced with melt method consists of aromatic polycarbonate resin 10~100 weight% and straight chain polycarbonate resin 90~0 weight% of 1.1 or more, preferably former in 15~100 weight% and range of the latter 85~0 weight%, as for especially being desirable former is 15~90 weight% and range of the latter 85~10 weight%.

## [0027]

Furthermore organic metal sulfonate salt is combined to flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to this invention.

As organic metal sulfonate salt, you can list aliphatic metal sulfonate salt and aromatic metal sulfonate salt etc.

As metal of organic metal sulfonate salt, you can list preferably, alkali metal, alkaline earth metal, etc you can list sodium, lithium, potassium, rubidium, cesium, beryllium, magnesium, calcium, strontium and barium etc as alkali metal and alkaline earth metal.

organic metal sulfonate salt with alone and is good with blend of 2 kinds or more.

## [0028]

As organic metal sulfonate salt, perfluoroalkane-metal sulfonate salt and aromatic sulfone metal sulfonate salt etc listing and others.

Those where it is desirable even among them are perfluoroalkane-metal sulfonate salt of the former.

As embodiment of perfluoroalkane-metal sulfonate salt, you can list alkaline earth metal salt etc of the alkali metal salt, perfluoroalkane-sulfonic acid of perfluoroalkane-sulfonic acid.

Fact that it is desirable even among them is alkaline metal sulfonate etc where alkali metal sulfonate, carbon number where carbon number has perfluoroalkane basis 1~8 has perfluoroalkane basis 1~8.

## [0029]

パーフルオロアルカン-スルホン酸の具体例としては、パーフルオロメタン-スルホン酸、パーフルオロエタン-スルホン酸、パーフルオロプロパン-スルホン酸、パーフルオロブタン-スルホン酸、パーフルオロヘキサン-スルホン酸、パーフルオロヘプタン-スルホン酸、パーフルオロオクタン-スルホン酸などが挙げられる。

## 【0030】

芳香族スルホンスルホン酸金属塩としては、好ましくは、芳香族スルホンスルホン酸アルカリ金属塩、芳香族スルホンスルホン酸アルカリ土類金属塩などが挙げられ、芳香族スルホンスルホン酸アルカリ金属塩、芳香族スルホンスルホン酸アルカリ土類金属塩は重合体であってよい。

## 【0031】

芳香族スルホンスルホン酸金属塩の具体例としては、ジフェニルスルホン-3-スルホン酸のナトリウム塩、ジフェニルスルホン-3-スルホン酸のカリウム塩、4・4'-ジブロモジフェニル-スルホン-3-スルホンのナトリウム塩、4・4'-ジブロモジフェニル-スルホン-3-スルホンのカリウム塩、4-クロロ-4'-ニトロジフェニルスルホン-3-スルホン酸のカルシウム塩、ジフェニルスルホン-3・3'-ジスルホン酸のジナトリウム塩、ジフェニルスルホン-3・3'-ジスルホン酸のジカリウム塩などが挙げられる。

## 【0032】

有機スルホン酸金属塩の配合量は、溶融法で製造される構造粘性指数 N が 1.1 以上の芳香族ポリカーボネート樹脂 10~100 重量%と、直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂 90~0 重量%とかなるポリカーボネート樹脂 100 重量部に対し、0.01~5 重量部の範囲で選ぶものとする。

有機スルホン酸金属塩の配合量が 0.01 重量部未満であると、最終的に得られる樹脂組成物の難燃性が十分でなく、5 重量部を超えると熱安定性が低下し、いずれも好ましくない。

有機スルホン酸金属塩の配合量は、上記範囲の中では 0.02~4 重量部が好ましく、特に好ましいのは 0.05~3 重量部である。

## 【0033】

本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物は、実験によると、最終的に得られる樹脂組成物の構造粘性指数 N と高化式フローテスター

As embodiment of perfluoroalkane-sulfonic acid, you can list perfluoro methane -sulfonic acid, perfluoroethane-sulfonic acid, perfluoro propane-sulfonic acid, perfluoro butane-sulfonic acid, perfluorohexane-sulfonic acid, perfluoroheptane-sulfonic acid, perfluorooctane-sulfonic acid etc.

## [0030]

As aromatic sulfone metal sulfonate salt, you can list preferably、aromatic sulfone alkali metal sulfonate, aromatic sulfone alkaline metal earth sulfonate etc, aromatic sulfone alkali metal sulfonate、aromatic sulfone alkaline metal earth sulfonate is good evenwith polymer .

## [0031]

As embodiment of aromatic sulfone metal sulfonate salt, you can list di potassium salt etc of the disodium salt, diphenylsulfone-3 \* 3'-disulfonic acid of calcium salt, diphenylsulfone-3 \* 3'-disulfonic acid of potassium salt, 4- chloro-4'-nitro diphenylsulfone-3- sulfonic acid of sodium salt, 4 \* 4'-dibromo biphenyl-sulfone-3- sulfone of potassium salt, 4 \* 4'-dibromo biphenyl-sulfone-3- sulfone of sodium salt, diphenylsulfone-3- sulfonic acid of diphenylsulfone-3-sulfonic acid.

## [0032]

compounded amount of organic metal sulfonate salt we choose in range of 0.01 - 5 parts by weight the structural viscosity exponential N which is produced with melt method vis-a-vis the aromatic polycarbonate resin 10~100 weight% of 1.1 or more and polycarbonate resin 100 parts by weight which consists of straight chain aromatic polycarbonate resin 90~0 weight% .

When compounded amount of organic metal sulfonate salt is under 0.01 part by weight, when finally flame resistance of resin composition which is acquired not to be a fully, it exceeds5 parts by weight, thermal stability decreases, none is desirable.

Fact that as for compounded amount of organic metal sulfonate salt, in above-mentionedrange 0.02 - 4 parts by weight are desirable, especially are desirable is 0.05 -3 parts by weight.

## [0033]

flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to this invention, with experiment , finally the structural viscosity exponential N of resin composition which is

による流れ値  $Q$ (以下、単に  $Q$  値といふことがある)とは、図 1 の点線の上側の領域にあると後記する難燃性試験で V-0 合格となり優れた難燃性を発揮すること、図 1 の点線の下側の領域にあると難燃性試験で V-0 合格とならず、難燃性が劣ることが分かった。

図 1 において、縦軸は構造粘性指数  $N$  とし、横軸は高化式フローテスターによる流れ値  $Q$ (以下、単に  $Q$  値または  $Q$  と記載することがある)であり、 $N$  値と  $Q$  値の異なる後記する実施例および比較例の樹脂組成物について、難燃性を評価した結果をプロットしたものである。

実験によると、図 1 において点線の上側の領域にある樹脂組成物は、構造粘性指数  $N$  が 1.05 以上で、かつ、 $N$  値と  $Q$  値との関係が、下記の数式[I]を満すものである。

【0034】

【数 8】

$$N \geq 0.027Q + 0.831 \quad [I]$$

【0035】

高化式フローテスターによる流れ値  $Q$  は、溶融樹脂の一定温度、一定荷重での流動性を表す指標である。

本発明において使用される  $Q$  値( $\text{cm}^3/\text{sec}$ )は、 $280 \text{ deg C}$ 、 $160 \text{ Kg/cm}^2$  の条件下で、 $1 \text{ mm} \phi \times 10 \text{ mm}$  のオリフィスを通過する速度を下記の数式により算出したものである。

【0036】

【数 9】

$$Q = (X_{\max} - X_{\min}) A / t$$

【0037】

{上記数式において、 $X_{\max}$  は測定終了点でのオリフィスを通過した樹脂の長さ(cm)、 $X_{\min}$  は測定開始点でのオリフィスを通過した樹脂の長さ(cm)であり、 $A$  はシリンダー断面積( $\text{cm}^2$ )であり、 $t$  は試料が測定開始点を通過してから測定終了点を通過するまでの時間(sec)を意味する。}

【0038】

acquired and with the Mooney-type flow tester flow number  $Q$  (Below, you call  $Q$  simply, is. ) with, when there is a domain of topside of the dotted line of Figure 1, becomes V-0 passing with flame resistance test which postscript is done and shows flame resistance which is superior, when there is a domain of underside of dotted line of Figure 1, it does not become V-0 passing with flame resistance test, flame resistance is inferior, understood .

In Figure 1, vertical axis makes structural viscosity exponential  $N$ , horizontal axis with flow number  $Q$  (Below, simply  $Q$  or  $Q$  states is. ),  $N$  value and is something which result which flame resistance evaluation is done plot is done with Mooney-type flow tester the postscript where  $Q$  differs concerning resin composition of Working Example and Comparative Example which is done.

With experiment as for resin composition which is domain of topside of the dotted line, in Figure 1, structural viscosity exponential  $N$  being 1.05 or greater, at same time, relationship between  $N$  value and  $Q$ , is something which fills up below-mentioned mathematical formula [I].

【0034】

【Mathematical Formula 8】

【0035】

flow number  $Q$  is index which displays flow property with constant temperature、constant load of the molten resin with Mooney-type flow tester .

Regarding to this invention,  $Q$  ( $\text{cm}^3/\text{s}$ ) which is used under condition of  $280 \text{ deg C}$ 、 $160 \text{ Kg/cm}^2$ , is something which calculated velocity which passes the orifice of  $1 \text{ mm}$  diameter  $\times 10 \text{ mm}$  with below-mentioned mathematical formula .

【0036】

【Mathematical Formula 9】

【0037】

{In above-mentioned mathematical formula, after as for  $X_{\max}$  length of the resin which passes orifice with measurement endpoint (cm), as for the  $X_{\min}$  with length (cm) of resin which passes orifice in the measurement start point, as for  $A$  with cylinder cross-sectional area ( $\text{cm}^2$ ), as for  $t$  the specimen passing measurement start point, until measurement endpoint is passed, time (s) is meant. }

【0038】

本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物には、必要に応じて、紫外線吸収剤、酸化防止剤などの安定剤、顔料、染料、滑剤、上記以外の難燃剤、離型剤、摺動性改良剤などの添加剤、ガラス繊維、ガラスフレーク、炭素繊維などの強化材、チタン酸カリウム、ホウ酸アルミニウムなどのウイスカ―、芳香族ポリカーボネート樹脂以外の他の熱可塑性樹脂などを添加配合することができる。

【0039】

配合できる他の熱可塑性樹脂としては、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンテレフタレートのようなポリエスチル系樹脂、ナイロン6、ナイロン6・6などのポリアミド系樹脂、ゴム強化ポリスチレン、ABS樹脂などのスチレン系樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレンなどのポリオレフィン系樹脂などが挙げられる。

他の熱可塑性樹脂の配合量は、最終的に得られる難燃性ポリカーボネート樹脂組成物の40重量%以下、より好ましくは30重量%以下である。

【0040】

本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物は、その主成分となる基体樹脂はハロゲンを含まないポリカーボネート樹脂であるのが好ましく、また基体樹脂に配合される各成分もハロゲンを含む化合物は極力少なくするか、ハロゲンを含まない化合物のみとするのが好ましく、このような難燃性樹脂組成物は、熱安定性、耐衝撃性や耐熱性の低下が少なく、成形機スクリューや成形金型の腐食問題、環境汚染の問題も起こり難くなり好ましい。

【0041】

本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物を調製する方法は、特に制限がなく、例えば、(1)構造粘性指数Nが1.1以上の芳香族ポリカーボネート樹脂、直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂およびスルホン酸金属塩などを、それぞれ所定量秤量し、一括混合して溶融混練する方法、(2)芳香族ポリカーボネート樹脂(N $\geq$ 1.1または直鎖状のいずれか)、スルホン酸金属塩などをあらかじめ混練した後、残りの芳香族ポリカーボネート樹脂を配合し溶融混練する方法、などが挙げられる。

さらに、溶融混練してコンパウンド化する際に、芳香族ポリカーボネート樹脂の一部をペレットで供給することによってスルホン酸金属塩の分散

It can add can combine other thermoplastic resin etc other than flame retardant、mold release、lubricity modifier or other additive、glass fiber、glass flake、carbon fiber or other reinforcement、potassium titanate、aluminum borate or other whisker、aromatic polycarbonate resin otherthan according to need、ultraviolet absorber、antioxidant or other stabilizer、pigment、dye、lubricant、description above in flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to this invention.

【0039】

You can list polyester resin、nylon 6、nylon 6 \* 6 or other polyamide resin、rubber-reinforced polystyrene、ABS resin or other styrenic resin、polyethylene、polypropylene or other polyolefin resin etc like polybutylene terephthalate、polyethylene terephthalate as other thermoplastic resin which it can combine.

compounded amount of other thermoplastic resin finally is 40 weight % or less、more preferably 30 weight % or less of flame-resistant polycarbonate resin composition which is acquired.

【0040】

As for flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to this invention, as for substrate resin which becomes main component it is desirable to be a polycarbonate resin which does not include halogen it decreases compound to which also each component which in addition is combined in substrate resin includes halogen to the utmost, or it is desirable to make only for compound which does not include the halogen as for this kind of flame resistant resin composition, decrease of thermal stability、impact resistance and heat resistance is little, Also problem of corrosion problem, environmental contamination of molding machine screw and mold becomes difficult and to happen is desirable.

【0041】

method which manufactures flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to this invention is not especially restriction, method for example (1) structural viscosity exponential N predetermined amount measured weight doing aromatic polycarbonate resin、straight chain aromatic polycarbonate resin and metal sulfonate salt etc of 1.1 or more, respectively, lumps together mixing and melt mixing doing. Method (2) aromatic polycarbonate resin (any of N $\geq$ 1.1 or straight chain), after kneading metal sulfonate salt etc beforehand, of combining remaining aromatic polycarbonate resin and melt mixing doing. Such as is listed.

Furthermore, melt mixing doing, when compounding doing, to improve the dispersibility of metal sulfonate salt it supplies portion of aromatic polycarbonate resin with the pellet with,

性を改良し、最終的に得られる樹脂組成物より得られる成形品の難燃性、透明性を改良することができるので好ましい。

【0042】

本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物を調製する際の混合・混練は、従来から知られている混合機・混練機、例えば、リボンブレンダー、ヘンシェルミキサー、バンバリー・ミキサー、単軸スクリュー押出機、二軸スクリュー押出機、多軸スクリュー押出機、コニーダーなどを用いて行うことができる。

混練に際しての加熱温度は、難燃性ポリカーボネート樹脂組成物を構成する原材料の種類、割合などにより変るが、240~320 deg C の範囲で選ばれる。

【0043】

こうして得られた本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物は、押出成形法、射出成形法、圧縮成形法、ブロー成形法、ガス射出成形法などの従来から知られている成形法によって、容易に目的の製品・部品などの成形品とすることができる。

押出成形法によって製造したシートについては、さらに真空成形法によって目的の成形品とすることができます。

得られた成形品は、機械的強度、耐熱性、成形時の熱安定性などに優れると共に、成形品の表面外観、難燃性、燃焼時の非ドリップ性などの諸特性が優れていることから、自動車分野、電気・電子分野、OA 機器分野、家電製品分野などの広い分野で、製品・部品製造用材料として利用することができる。

【0044】

【実施例】

以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はその趣旨を越えない限り、以下の記載例に限定されるものではない。

【0045】

なお、以下の実施例と比較例において使用した各成分は、次のとおりである。

(1)直鎖状ポリカーボネート樹脂:ポリ-4,4-イソプロピリデンジフェニルカーボネートであつて、粘

because finally it can improve flame resistance, transparency of the molded article which is acquired from resin composition which is acquired, it is desirable.

【0042】

When manufacturing flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to this invention, it does themixed \*kneading, making use of mixer \* kneader, for example ribbon blender, Henschel mixer, Banbury mixer, single screw extruder, twin screw extruder, multiple screw extruder, cokneader etc which is known from until recently it is possible .

heating temperature in case of kneading changes depending upon types, ratioetc of raw material which forms flame-resistant polycarbonate resin composition, but it is chosen in range of 240 - 320 deg C.

【0043】

In this way, as product \* part or other molded article of objective it can designate flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to this invention which is acquired, to with molding method whichfrom extrusion molding method, injection molding method, compression molding method, blow molding method, gas injection molding method or other until recently is known, easily.

Furthermore it can make molded article of objective with vacuum forming method concerning sheet which is produced with extrusion molding method .

As it is superior in thermal stability etc at time of mechanical strength, heat resistance, formation, from fact that non- drip property or other characteristics at time of surface external appearance, flame resistance, combustion of molded article is superior, with automobile field, electrical and electronics fields, OA equipment field, household appliance product field or other wide field, it can utilize the molded article which it acquires, as material for product \* parts manufacture.

【0044】

【Working Example(s)】

Below, this invention furthermore is explained in detail with Working Example ,but if this invention does not exceed gist, it is not something which is limited as statement example below.

【0045】

Furthermore, each component which is used in Working Example and Comparative Example below is as follows.

With (1) straight chain polycarbonate resin: poly 4, 4-isopropylidene diphenyl carbonate , viscosity average

度平均分子量が 21,000 のもの(三菱エンジニアリングプラスチックス社製、商品名:ユーピロン S-3000、以下、「直鎖状 PC」と略記することがある)。

## 【0046】

直鎖状 PC-1:分岐剤を含まず、界面法で製造されたビスフェノール A を出発原料とする芳香族ポリカーボネート樹脂で、Q=8.7、N=1.0 のパウダー品である。

直鎖状 PC-2:分岐剤を含まず、界面法で製造されたビスフェノール A を出発原料とする芳香族ポリカーボネート樹脂で、Q=15、N=1.0 のパウダー品である。

直鎖状 PC-1-2:分岐剤を含まず、界面法で製造されたビスフェノール A を出発原料とする芳香族ポリカーボネート樹脂で、Q=8.7、N=1.0 のペレット品である。

## 【0047】

(2)構造粘性指数  $N \geq 1.1$  の芳香族ポリカーボネート樹脂:以下に記載した製造法により分岐剤を添加せず、溶融法により合成条件を選択して合成したポリカーボネート樹脂で、N 値が 1.2 以上の芳香族ポリカーボネート樹脂である(以下、「溶融法 PC」と略記することがある)。

(3)有機スルホン酸金属塩:パーフルオロブタンスルホン酸カリウム塩。

## 【0048】

以下の実施例と比較例において得られた成形品は、以下に記載の方法によって燃焼性(総燃焼時間、最大燃焼時間、綿着火、UL クラス)、アイソット衝撃強度、Q 値、構造粘性指数 N などの評価試験を行った。

(a)組成物 Q 値:島津フロー テスター(島津製作所製、CFT-500A)を使用し、280 deg C、荷重 160Kg/cm<sup>2</sup> の条件で、1mm  $\phi$  × 10mm のオリフィスを使用して、予備加熱時間 7 分で、測定を行った。

(b)構造粘性指数 N:キャピラリレオメータを使用し、250 deg C における溶融粘弾性を測定し、前述の計算式より  $\gamma = 12.16 \text{ sec}^{-1}$  および  $\gamma = 24.32 \text{ sec}^{-1}$  での  $\eta$  から N 値を決定する。

## 【0049】

(c)燃焼性試験:厚さが 1.6mm の UL 規格の試験片について、垂直燃焼試験を行った。

総燃焼時間(秒)は、5 本の試験片につき 10 回燃焼させた時の燃焼時間の合計を意味し、最大燃

molecular weight those of 21,000 (Below Mitsubishi Engineering Plastics Corp. (DB 69-164-9669 ) supplied, tradename: Iupilon S-3000, "straight chain PC " with briefly describes is. ).

## [0046]

With aromatic polycarbonate resin which designates bisphenol A which does not include the straight chain PC-1: branching agent, is produced with boundary method as starting material, it is a powder item of Q=8.7, N=1.0.

With aromatic polycarbonate resin which designates bisphenol A which does not include the straight chain PC-2: branching agent, is produced with boundary method as starting material, it is a powder item of Q=15, N=1.0.

With aromatic polycarbonate resin which designates bisphenol A which does not include the straight chain PC-1-2: branching agent, is produced with boundary method as starting material, it is a pellet of Q=8.7, N=1.0.

## [0047]

With polycarbonate resin which does not add branching agent with production method which isstated below aromatic polycarbonate resin: of (2) structural viscosity exponential  $N \geq 1.1$ , selecting synthesis condition due to melt method , it synthesizes, N value is aromatic polycarbonate resin of 1.2 or more, (Below, "melt method PC " with briefly describes is. ).

(3) organic metal sulfonate salt:potassium perfluorobutane sulfonate salt.

## [0048]

molded article which is acquired in Working Example and Comparative Example below, the flammability (Entire burning time、 maximum burning time、 cotton ignition、 ULclass ), did Izod impact strength、 Q、 structural viscosity exponential Nor other test with method which isstated below.

You used (a) composition Q: Shimadzu flow tester (Shimadzu Corporation (DB 69-055-8747 ) make, CFT-500A ), with condition of 280 deg C、 load 160 Kg/cm<sup>2</sup>, used orifice of 1 mm diameter X 10 mm, measured with preheating time 7 min.

(b) structural viscosity exponential N: capillary rheometer is used, melt viscoelasticity in 250 deg C ismeasured, from aforementioned computational formula N value is decided from the;et with the;ga = 12.16 s<sup>-1</sup> and the;ga = 24.32 s<sup>-1</sup>.

## [0049]

(c) flammability test:thickness vertical combustion test was done concerning test piece of the ULstandard of 1.6 mm.

Entire burning time (seconds ) when 10 times burning concerning test piece of 5,means total of burning time,

焼時間(秒)は、上の 10 回の燃焼試験で最も長く燃焼した試験片の燃焼時間を意味し、これらの時間が長いほど難燃性が劣ることを意味する。

綿着火は、上の燃焼試験の際に綿の上にドリップが滴下し、綿が発火した回数を分子で表示し、分母は着火試験回数である。

分子の数値が大きいほど難燃性が劣ることを意味する。

UL クラスは、「V-0」は V-0 合格を、「V-2」は V-2 合格を、「V-2NG」は V-2 不合格をそれぞれ意味する。

#### 【0050】

(d) アイゾット衝撃強度 (kgf-cm/cm<sup>2</sup>): 厚さが 3.2mm で 0.25R のノッチを刻設したアイゾット衝撃試験片について、JIS K7110(1984)に準拠して測定した。

(e) 透明性: 組成物より厚さ 3mm プレートを成形し、ヘーズメータによってヘーズを測定した。

#### 【0051】

[溶融法 PC-1 の合成]窒素ガス雰囲気下、ビスフェノール A(BPA)とジフェニルカーボネート(DPC)とを一定のモル比(DPC/BPA=1.040)に混合調整した溶融混合物を 88.7kg/hr の流量で、原料導入管を介して常圧、窒素雰囲気下、140 deg C に制御した第 1 竪型攪拌重合槽内に連続供給し、平均滞留時間が 60 分になる様に槽底部のポリマー排出ラインに設けられたバルブ開度を制御しつつ液面レベルを一定に保った。

また、上記原料混合物の開始すると同時に、触媒として 0.02 重量% の炭酸セシウム水溶液を 320ml/hr(BPA1 モルに対して、 $1 \times 10^{-6}$  モル)の流量で連続供給した。

#### 【0052】

第 1 重合槽の槽底より排出された重合液は、引き続き、直列に配した第 2、第 3、第 4 の竪型重合槽および第 5 の横型重合槽に逐次連続供給された。

各槽では、反応の間、平均滞留時間が 60 分になる様に液面レベルを制御し、また同時に副生するフェノールの留去も行った。

maximum burning time (seconds) means burning time of the test piece which burnt longest with burning test of 10 times above, extent flame resistance where these times are long is inferior, it means .

drip drops cotton ignition, on cotton case of burning test above, cotton indicates number of times which ignition is done with the molecule, denominator is ignition number of tests.

When numerical value of molecule is large, flame resistance is inferior, it means.

As for ULclass, as for "V-0" V-0 passing, as for "V-2" V-2 passing, as for "V-2NG" V-2 fail is meant respectively.

#### 【0050】

(d) Izod impact strength (kgf-cm/cm<sup>2</sup>): thickness being 3.2 mm, conforming to JIS K7 110 (1984) concerning Izod impact test specimen which installs notch of 0.25 R, it measured.

thickness 3 mm plate it formed from (e) transparency: composition, measured haze with the haze meter .

#### 【0051】

While under [Synthesis of melt method PC-1] nitrogen gas atmosphere, bisphenol A (BPA) with continuous feed doing diphenyl carbonate (DPC) inside first upright type churning polymerization vessel which with flow of 88.7 kg/h, through starting material introduction pipe, under ambient pressure, nitrogen atmosphere, controls molten mixture which to the fixed mole ratio (DPC/BPA=1.040) it mixed adjusted in 140 deg C in order for average residence time to become 60 min, controlling valve open degree which is provided in the polymer drain line of tank bottom part, it maintained liquid surface level uniformly.

In addition, when above-mentioned raw material mixture it starts, simultaneously, cesium carbonate aqueous solution of 0.02 wt% continuous feed was done with flow of 320 ml/hr (Vis-a-vis BPA 1 mole,  $1 \times 10^{-6}$  mole) as catalyst.

#### 【0052】

From tank bottom of first polymerization vessel polymer solution which is discharged continuously, sequential continuous feed was done in upright type polymerization vessel of second, third, 4th which is allotted to linear array and horizontal type polymerization vessel of 5th.

With each tank, during reaction, in order for average residence time to become 60 min, it controlled liquid surface level, in addition simultaneously also it removed phenol which by-production is done.

重合条件はそれぞれ、第2重合槽(220 deg C、100Torr、160rpm)、第3重合槽(240 deg C、15Torr、130rpm)、第4重合槽(270 deg C、0.5Torr、44rpm)、第5重合槽(285 deg C、0.5Torr、5rpm)で反応の進行と共に高温、高真空、低攪拌速度に条件を設定した。

## 【0053】

ポリカーボネートの製造速度は、50kg/hrである。

こうして得られたポリカーボネート樹脂の分子量は、Mv=27000であった。

得られたポリカーボネート樹脂を溶融状態のまま、3段ベント口を具備し、樹脂供給口にもっとも近いベント口の手前に酸性化合物圧入孔を有した二軸押出機に導入し、連続的に酸性化合物の溶液(アセトン 600ml、純水 500ml、パラトルエンスルホン酸ブチル 7g)を 35g/hr の流量で添加し脱揮した後ペレット化した。

このポリカーボネート樹脂の Q は 3、構造粘性指数 N は 1.46 である。

## 【0054】

[溶融法 PC-2 の合成]窒素ガス雰囲気下、ビスフェノール A(BPA)とジフェニルカーボネート(DPC)とを一定のモル比(DPC/BPA=1.040)に混合調整した溶融混合物を 88.7kg/hr の流量で、原料導入管を介して常圧、窒素雰囲気下、210 deg C に制御した第1堅型攪拌重合槽内に連続供給し、平均滞留時間が 60 分になる様に槽底部のポリマー排出ラインに設けられたバルブ開度を制御しつつ、駅面レベルを一定に保った。

また、上記原料混合物の供給を開始すると同時に、触媒として 0.02 重量%の炭酸セリウム水溶液を 320ml/hr(BPA1 モルに対して、 $1 \times 10^{-6}$  モル)の流量で連続供給した。

## 【0055】

第1重合槽の槽底より排出された重合液は、引き続き、直列に配した第2、第3、第4の堅型重合槽および第5の横型重合槽に逐次連続供給された。

各槽では、反応の間、平均滞留時間が 60 分になる様に液面レベルを制御し、また同時に副生

polymerization condition respectively, second polymerization vessel (220 deg C, 100 Torr, 160 rpm), third polymerization vessel (240 deg C, 15 Torr, 130 rpm), 4 th polymerization vessel (270 deg C, 0.5 Torr, 44 rpm), with advance of reaction set condition to high temperature, high vacuum, low stirring speed with 5 th polymerization vessel (285 deg C, 0.5 Torr, 5 rpm).

## [0053]

production rate of polycarbonate is 50 kg/h.

In this way, molecular weight of polycarbonate resin which is acquired was Mv=27000.

polycarbonate resin which it acquires while it was a molten state, it possessed 3-stage vent, it introduced into twin screw extruder which possesses acidic compound injection hole in the viewer-proximal of vent which is closest to resin supply port in continuous added solution (acetone 600 ml, pure water 500 ml, butyl p-toluene sulfonate 7g) of acidic compound with flow of 35 g/hr and volatiles removal after doing, pelletizing it did.

As for Q of this polycarbonate resin 3, as for structural viscosity exponential N 1.46 is.

## [0054]

While under [Synthesis of melt method PC-2] nitrogen gas atmosphere, bisphenol A (BPA) with continuous feed doing diphenyl carbonate (DPC) inside first upright type churning polymerization vessel which with flow of 88.7 kg/h, through starting material introduction pipe, under ambient pressure, nitrogen atmosphere, controls molten mixture which to the fixed mole ratio (DPC/BPA=1.040) it mixed adjusted in 210 deg C in order for average residence time to become 60 min, controlling valve open degree which is provided in the polymer drain line of tank bottom part, Station surface level was maintained uniformly.

In addition, when supply of above-mentioned raw material mixture is started, simultaneously, cerium carbonate aqueous solution of 0.02 wt% continuous feed was done with the flow of 320 ml/hr (Vis-a-vis BPA 1 mole,  $1 \times 10^{-6}$  mole) as catalyst.

## [0055]

From tank bottom of first polymerization vessel polymer solution which is discharged continuously, sequential continuous feed was done in upright type polymerization vessel of second, third, 4th which is allotted to linear array and horizontal type polymerization vessel of 5 th.

With each tank, during reaction, in order for average residence time to become 60 min, it controlled liquid surface

するフェノールの留去も行った。

重合条件はそれぞれ、第 2 重合槽(210 deg C、100Torr、200rpm)、第 3 重合槽(240 deg C、15Torr、100rpm)、第 4 重合槽(270 deg C、0.5Torr、44rpm)、第 5 重合槽(280 deg C、0.5Torr、10rpm)で反応の進行と共に高温、高真空、低攪拌速度に条件を設定した。

得られた芳香族ポリカーボネートの  $M_v$  は 22000 であった。

これを上記の方法でペレット化し、 $Q$  は 10.0、構造粘性指数  $N$  は 1.23 である。

#### 【0056】

[実施例 1~実施例 3]直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂(直鎖 PC-1、 $Q=8.7$ 、 $N=1.0$ )100 重量部に対して、溶融法によって製造された芳香族ポリカーボネート樹脂(溶融法 PC-1)、および有機スルホン酸金属塩を、それぞれ表-1 に記載した量秤量し、タンブラーによって 20 分間混合したあと、30mm  $\phi$  の二軸押出機によって、シリンダー温度を 290 deg C として溶融・混練してペレット化した。

得られたペレットを原料とし、射出成形機によってシリンダー温度を 270 deg C として、厚さが 1.6mm の燃焼試験用の試験片と、アイソット衝撃試験用の試験片を成形した。

得られた試験片につき、0.25R のノッチを切削し、アイソット衝撃試験を行った。

実施例 2 のものについては、3mm のプレートを成形しヘーズを測定した。

評価結果を表-1、および図 1 に実 1、実 2 および実 3 として示す。

#### 【0057】

[実施例 4~実施例 6]直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂(直鎖 PC-2、 $Q=15$ 、 $N=1.0$ )100 重量部に対して、溶融法によって製造された芳香族ポリカーボネート樹脂(溶融法 PC-1)、および有機スルホン酸金属塩を、それぞれ表-1 に記載した量秤量し、実施例 1 におけると同様の手順でペレット化し、試験片を成形し、試験片につき実施例 1 におけると同様の手順で各種の評価を行った。

評価試験結果を表-1、および図 1 に実 4、実 5 および実 6 として示す。

level, in addition simultaneously also it removed phenol which by-production is done.

polymerization condition respectively, second polymerization vessel (210 deg C, 100 Torr, 200 rpm), third polymerization vessel (240 deg C, 15 Torr, 100 rpm), 4 th polymerization vessel (270 deg C, 0.5 Torr, 44 rpm), with advance of reaction set condition to high temperature, high vacuum, low stirring speed with 5 th polymerization vessel (280 deg C, 0.5 Torr, 10 rpm).

$M_v$  of aromatic polycarbonate which it acquires was 22000.

pelletizing it does this with above-mentioned method, as for the  $Q$  10.0, as for structural viscosity exponential  $N$  1.23 is.

#### 【0056】

[Working Example 1~Working Example 3] straight chain aromatic polycarbonate resin (straight chain PC-1,  $Q=8.7$ 、 $N=1.0$ ) vis-a-vis 100 parts by weight, aromatic polycarbonate resin which is produced with melt method (melt method PC-1), and quantitative measured weight which states organic metal sulfonate salt, respectively in Table 1 it did, 20 min aftermixing with tumbler, with twin screw extruder of 30 mm;ph, melting \* it kneaded with cylinder temperature as 290 deg C and pelletizing did.

pellet which it acquires was designated as starting material, thickness the test piece for burning test of 1.6 mm and test piece for Izod impact test formed with injection molding machine with cylinder temperature as 270 deg C.

notch of 0.25 R shaving was done concerning test piece which it acquires, Izod impact test was done.

Concerning those of Working Example 2, plate of 3 mm it formed and measured haze.

It shows evaluation result in Table 1, and Figure 1 as Working Example 1, truth 2 and Working Example 3.

#### 【0057】

[Working Example 4~Working Example 6] straight chain aromatic polycarbonate resin (straight chain PC-2,  $Q=15$ 、 $N=1.0$ ) vis-a-vis 100 parts by weight, when aromatic polycarbonate resin which is produced with melt method (melt method PC-1), and quantitative measured weight which states organic metal sulfonate salt, respectively in Table 1 it does, in Working Example 1 when pelletizing it does with similar protocol, test piece forms, in the Working Example 1 concerning test piece, various evaluation were done with similar protocol.

It shows test result in Table 1, and Figure 1 as Working Example 4, Working Example 5 and the Working Example

## 【0058】

[実施例 7] 溶融法によって製造されたポリカーボネート樹脂(溶融法 PC-2、Q=10、N=1.23)100 重量部に対して有機スルホン酸塩を 0.1 重量部 添加し、実施例 1 におけると同様の手順でペレット化し、試験片を成形し、試験片につき同様の手順で各種の評価を行った。

評価結果を表-1 と、図 1 に実 7 として示す。

## 【0059】

[実施例 8] 直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂(直鎖 PC-1、Q=8.7、N=1.0)100 重量部に対して、溶融法によって製造された芳香族ポリカーボネート樹脂(溶融法 PC-2)100 重量部、および有機スルホン酸金属塩を表-1 に記載の量それぞれ秤量し、実施例 1 におけると同様の手順でペレット化し、試験片を成形し、試験片につき同様の手順で各種の評価を行った。

評価結果を表-1 と図 1 に実 8 として示す。

## 【0060】

[実施例 9] 直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂(直鎖 PC-1、Q=8.7、N=1.0)100 重量部に対して、ペレット化した直鎖状ポリカーボネート樹脂(直鎖 PC-1-2、Q=8.7、N=1.0)40 重量部、溶融法によって製造された芳香族ポリカーボネート樹脂(溶融法 PC-1)60 重量部、および有機スルホン酸金属塩 0.2 重量部それぞれ秤量し、実施例 1 におけると同様の手順でペレット化し、試験片を成形し、試験片につき同様の手順で各種の評価を行った。

また、3mm プレートを成形しこのプレートにつきヘーズ測定した。

評価結果を表-1 と、図 1 に実 9 として示す。

## 【0061】

[比較例 1] 直鎖状ポリカーボネート樹脂(直鎖 PC-1)100 重量部に、有機スルホン酸金属塩を 0.1 重量部添加し、実施例 1 におけると同様の手順でペレット化し、試験片を成形し、試験片につき同様の手順で各種の評価を行った。

評価結果を表-1 と、図 1 に比 1 として示す。

## 6.

## 【0058】

When 0.1 weight sections it adds organic sulfonate polycarbonate resin which is produced with [Working Example 7] melt method (melt method PC-2, Q=10, N=1.23) vis-a-vis 100 parts by weight, in Working Example 1 pelletizing it did with similar protocol, test piece formed, it did various evaluation with similar protocol concerning test piece.

It shows evaluation result in Table 1 and Figure 1 as Working Example 7.

## 【0059】

[Working Example 8] straight chain aromatic polycarbonate resin (straight chain PC-1, Q=8.7, N=1.0) vis-a-vis 100 parts by weight, when aromatic polycarbonate resin which is produced with melt method (melt method PC-2) 100 parts by weight, and quantity which states organic metal sulfonate salt in Table 1 measured weight it does respectively, in Working Example 1 pelletizing it did with similar protocol, test piece formed, it did various evaluation with similar protocol concerning test piece.

It shows evaluation result in Table 1 and Figure 1 as truth 8.

## 【0060】

[Working Example 9] straight chain aromatic polycarbonate resin (straight chain PC-1, Q=8.7, N=1.0) vis-a-vis 100 parts by weight, when straight chain polycarbonate resin which pelletizing is done (straight chain PC-1-2, Q=8.7, N=1.0) aromatic polycarbonate resin which is produced with 40 parts by weight, melt method (melt method PC-1) 60 parts by weight, and organic metal sulfonate salt 0.2 parts by weight measured weight it does respectively, in Working Example 1 pelletizing it did with similar protocol, test piece formed, it did various evaluation with similar protocol concerning test piece.

In addition, 3 mm plate it formed and haze it measured concerning this plate.

It shows evaluation result in Table 1 and Figure 1 as Working Example 9.

## 【0061】

When [Comparative Example 1] straight chain polycarbonate resin (straight chain PC-1) in 100 parts by weight, 0.1 weight sections it adds the organic metal sulfonate salt, in Working Example 1 pelletizing it did with similar protocol, the test piece formed, it did various evaluation with similar protocol concerning test piece.

It shows evaluation result in Table 1 and Figure 1 as Comparative Example 1.

## 【0062】

[比較例 2]直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂(直鎖 PC-1、Q=8.7、N=1.0)100 重量部に対して、溶融法によって製造された芳香族ポリカーボネート樹脂(溶融法 PC-1)66.6 重量部それぞれ秤量し、実施例 1 におけると同様の手順でペレット化し、試験片を成形し、試験片につき同様の手順で各種の評価を行った。

評価結果を表-1 と、図 1 に比 2 として示す。

## 【0063】

[比較例 3]直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂(直鎖 PC-1、Q=8.7、N=1.0)100 重量部に対して、溶融法によって製造された芳香族ポリカーボネート樹脂(溶融法 PC-1)11.1 重量部、有機スルホン酸金属塩を 0.11 重量部それぞれ秤量し、実施例 1 におけると同様の手順でペレット化し、試験片を成形し、試験片につき同様の手順で各種の評価を行った。

評価結果を表-1 と、図 1 に比 3 として示す。

## 【0064】

[比較例 4]直鎖状芳香族ポリカーボネート樹脂 PC-2(Q=15 N=1.0)を 100 重量部に対して、溶融法によって製造された芳香族ポリカーボネート樹脂(溶融法 PC-2)17.6 重量部、有機スルホン酸金属塩を 0.12 重量部それぞれ秤量し、実施例 1 と同様の評価を行った。

結果を表-1 に示す。

## 【0065】

## 【表 1】

## Comparative Example 1.

## [0062]

[Comparative Example 2 ] straight chain aromatic polycarbonate resin (straight chain PC-1、Q=8.7、N=1.0) vis-a-vis 100 parts by weight, when aromatic polycarbonate resin which is produced with melt method (melt method PC-1 ) 66.6 parts by weight measured weight it does respectively, in Working Example 1 pelletizing it did with similar protocol, test piece formed, it did various evaluation with similar protocol concerning test piece.

It shows evaluation result in Table 1 and Figure 1 as Comparative Example 2.

## [0063]

[Comparative Example 3 ] straight chain aromatic polycarbonate resin (straight chain PC-1、Q=8.7、N=1.0) vis-a-vis 100 parts by weight, when aromatic polycarbonate resin which is produced with melt method (melt method PC-1 ) 0.11 part by weight measured weight it does 11.1 part by weight、 organic metal sulfonate salt respectively, in Working Example 1 pelletizing it did with the similar protocol, test piece formed, it did various evaluation with similar protocol concerning test piece.

It shows evaluation result in Table 1 and Figure 1 as ratio 3.

## [0064]

[Comparative Example 4 ] straight chain aromatic polycarbonate resin PC-2 (Q=15 N=1.0) aromatic polycarbonate resin which is produced with the melt method vis-a-vis 100 parts by weight, (melt method PC-2 ) 17.6 parts by weight、 organic metal sulfonate salt were done 0.12 parts by weight the measured weight respectively, evaluation which is similar to Working Example 1 was done.

Result is shown in Table 1.

## [0065]

## [Table 1]

表-1

項目 \ 番号	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7
直鎖PC-1	100	100	100	-	-	-	-
直鎖PC-2	-	-	-	100	100	100	-
直鎖PC-1-2	-	-	-	-	-	-	-
溶融法PC-1	66.6	42.8	25	66.6	42.8	25	-
溶融法PC-2	-	-	-	-	-	-	100
スルホン酸金属塩	0.17	0.14	0.13	0.17	0.17	0.13	0.1
組成物Q値	6.0	7.8	8.5	9.5	10.2	11.5	10.4
構造粘性指数N	1.24	1.15	1.09	1.23	1.17	1.15	1.21
難燃性試験	V-0						
引張り衝撃強度	80	76	77	75	73	75	72
透明性	-	1.20	-	-	-	-	-

【0066】

【表2】

表-1 (つづき)

項目 \ 番号	実施例8	実施例9	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
直鎖PC-1	100	100	100	100	100	-
直鎖PC-2	-	-	-	-	-	100
直鎖PC-1-2	-	40	-	-	-	-
溶融法PC-1	-	-	-	66.6	11.1	-
溶融法PC-2	100	-	-	-	-	17.8
スルホン酸金属塩	0.2	0.2	0.1	-	0.11	0.12
組成物Q値	9.5	7.0	8.7	8.2	8.2	15.0
構造粘性指数N	1.12	1.17	1.00	1.24	1.03	1.08
難燃性試験	V-0	V-0	V-2	V-2	V-2	V-2
引張り衝撃強度	72	80	80	80	83	72
透明性	-	0.70	-	-	-	-

【0066】

[Table 2]

【0067】

Next saw than Table 1 and Figure 1, becomes clear.

(1) 実施例1は、溶融法によって製造された芳香族ポリカーボネート樹脂(溶融法PC)を2種類とスルホン酸金属塩が配合されてなり、得られた樹脂組成物のQ値とN値の関係が前記数式1を満たすので、難燃性はV-0という優れた難燃性を発揮する。

実施例2および実施例3では溶融法PCの配合量を変更しているが、前記数式1を満たす範囲内にあるので、難燃性はV-0という優れた難燃性を発揮する。

(2) PCのQ値が高く(流動性の高い)直鎖状ポリカーボネート樹脂を使用しても、得られた樹脂組成物が前記数式1を満たす場合は、難燃性はV-0という優れた難燃性を発揮する(実施例4~実施例6参照)。

With Working Example 2 and Working Example 3 compounded amount of melt method PC is modified, but because it is inside range which fills up aforementioned Mathematical Formula 1, flame resistance V-0 shows flame resistance which is superior.

Q of (2) PC using (flow property it is high. ) straight chain polycarbonate resin highly, when resin composition which is acquired fills up aforementioned Mathematical Formula 1, flame resistance the V-0 shows flame resistance which is superior (Working Example 4~Working Example 6 reference).

## 【0068】

(3)PC の Q 値が高く(流動性の高い)溶融法 PC は、単独使用の場合(実施例 7)でも、直鎖状ポリカーボネートとの併用の場合でも(実施例 8)、得られた樹脂組成物が前記数式 1 を満たす場合は、得られた樹脂組成物の難燃性は V-0 という優れた難燃性を発揮する。

(4)さらに、実施例 2 および実施例 9 を比較すると、コンパウンド時に直鎖状ポリカーボネート樹脂の一部をペレットで供給する事で、難燃性及びその他の物性を保持して、組成物の透明性を改善することがわかる。

(5)これに対して樹脂組成物の N 値が前記数式 1 を満たさない比較例 1、得られた樹脂組成物の N 値が前記数式 1 を満たすがスルホン酸金属塩が配合されていない比較例 2 は、難燃性がそれぞれ V-2、V2NG であり劣る。

(6)また、樹脂組成物の N 値が 1.05 未満の比較例 3、および前記数式 1 を満たさない比較例 4 は、難燃性は V-2 であり劣る。

## 【0069】

## 【発明の効果】

本発明は、以上詳細に説明したとおりであり、次のような特別に有利な効果を奏し、その産業上の利用価値は極めて大である。

1. 本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物から得られる成形品は、高い難燃性を有し、ポリカーボネート樹脂本来の特性を兼ね備えている。

2. 本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物は、難燃性に優れているだけでなく、熱安定性、衝撃強度にも優れ、高い流動性をも兼ね備えている。

3. 本発明に係る難燃性ポリカーボネート樹脂組成物は、基体樹脂、難燃剤とともにハロゲンを含まない組合わせとしても優れた難燃性を発揮するので、成形時に使用する成形機のシリンダー、成形金型などの腐食性の問題が大幅に改良される。

## 【図面の簡単な説明】

## 【図1】

## [0068]

Q of (3) PC to be high as for (flow property it is high. ) melt method PC, when it is a sole use, when with (Working Example 7 ) and (Working Example 8 ), resin composition which is acquired fills upaforementioned Mathematical Formula 1 with when it is a combined use with the straight chain polycarbonate, as for flame resistance of resin composition which is acquired V-0 shows flame resistance which is superior.

When (4) furthermore, Working Example 2 and Working Example 9 are compared, by factthat at time of compound portion of straight chain polycarbonate resin is supplied with pellet, keeping flame resistance and other property, improves transparency of composition understands .

Comparative Example 1、 where N value of resin composition does not fill up theaforementioned Mathematical Formula 1 (5) vis-a-vis this N value of resin composition whichis acquired fills up aforementioned Mathematical Formula 1, but Comparative Example 2 where the metal sulfonate salt is not combined is inferior, flame resistance being V-2、 V2NG respectively.

(6) And, N value of resin composition as for Comparative Example 3、 under 1.05 and the Comparative Example 4 which does not fill up aforementioned Mathematical Formula 1, as for the flame resistance is inferior in V-2 .

## [0069]

## [Effects of the Invention]

this invention, as above explained in detail, following kind of has beneficial effect especially, value in use on industry quite is large.

molded article which is acquired from flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to 1.this invention has high flame resistance, holds polycarbonate resin intrinsic characteristics.

flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to 2.this invention in flame resistance not only it issuperior, is superior even in thermal stability、 impact strength, holds also high flow property.

Because flame-resistant polycarbonate resin composition which relates to 3.this invention both substrate resin、 flame retardant as thecombination which does not include halogen shows flame resistance which issuperior, when forming problem of cylinder、 mold or other corrosiveness of molding machine which isused is improved greatly.

## [Brief Explanation of the Drawing(s)]

## [Figure 1]

樹脂組成物の構造粘性指数  $N$  を縦軸に、高化式フロー テスターによる流れ値  $Q$  を横軸にとり、樹脂組成物の難燃性評価結果をプロットした図である。

【符号の説明】

実 1

実施例 1 のもの

実 2

実施例 2 のもの

実 3

実施例 3 のもの

実 4

実施例 4 のもの

実 5

実施例 5 のもの

実 6

実施例 6 のもの

実 7

実施例 7 のもの

実 8

実施例 8 のもの

実 9

実施例 9 のもの

比 1

比較例 1 のもの

比 2

比較例 2 のもの

比 3

比較例 3 のもの

Drawings

【図1】

structural viscosity exponential  $N$  of resin composition in vertical axis, with Mooney-type flow tester flow number  $Q$  is taken in horizontal axis, it is a figure which flame resistance test result of resin composition plot is done.

[Explanation of Symbols in Drawings]

Working Example 1

Thing of Working Example 1

Truth 2

Thing of Working Example 2

Working Example 3

Thing of Working Example 3

Working Example 4

Thing of Working Example 4

Working Example 5

Thing of Working Example 5

Working Example 6

Thing of Working Example 6

Working Example 7

Thing of Working Example 7

Truth 8

Thing of Working Example 8

Working Example 9

Thing of Working Example 9

Comparative Example 1

Thing of Comparative Example 1

Comparative Example 2

Thing of Comparative Example 2

Ratio 3

Thing of Comparative Example 3

[Figure 1]

JP2000336260A

2000-12-5

